

Kraków, dn. 03.03.2026

Dr hab. inż. Tomasz Śleboda, profesor uczelni  
Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej  
Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica  
Al. A. Mickiewicza 30  
30-059 Kraków

## RECENZJA

rozprawy doktorskiej mgr inż. Piotra Knapika

pt. „Opracowanie i wytworzenie certyfikowanych materiałów odniesienia proszków stali i stopów niklu na potrzeby kontroli jakości procesu produkcji z zastosowaniem technologii przyrostowych”

Promotor: prof. dr hab. inż. Piotr Konieczka, Politechnika Gdańska.

### 1. Podstawa opracowania recenzji.

Niniejsza recenzja została opracowana na zlecenie Przewodniczącego Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej, Pana prof. dr. hab. inż. Adama Grajcara, w związku z uchwałą Rady Dyscypliny Inżynieria Materiałowa Politechniki Śląskiej z dnia 28 października 2025 roku. Pismo nr RDYMa.512.37.2025 ze zleceniem wykonania recenzji wraz z pracą doktorską wpłynęło do Akademii Górniczo-Hutniczej im. Stanisława Staszica w Krakowie w dniu 17.11.2025, a zostało dostarczone recenzentowi w dniu 27.11.2025. Umowa o dzieło UMC/0716/2026 na wykonanie recenzji, datowana na dzień 10.02.2026, została dostarczona recenzentowi w dniu 3.03.2026.

Podstawa prawna: art. 187 ustawy „Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce” z dnia 20 lipca 2018 r. (z późn. zm.).

Recenzja zawiera między innymi trzy podstawowe elementy:

- ocenę wraz z uzasadnieniem czy rozprawa doktorska prezentuje ogólną wiedzę teoretyczną Doktoranta w dyscyplinie inżynieria materiałowa;

Biuro Dziekana

wpłynęło dnia 13.03.2026  
RDYMa/4131/2026  
nr ..... zał. ....

- ocenę wraz z uzasadnieniem czy rozprawa doktorska wykazuje umiejętność samodzielnego prowadzenia pracy naukowej przez Doktoranta ubiegającego się o nadanie stopnia doktora;
- ocenę wraz z uzasadnieniem czy rozprawa doktorska stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego.

## 2. Charakterystyka i ocena rozprawy.

Przedstawiona do recenzji praca mgr inż. Piotra Knapika, zrealizowana została w ramach programu „Doktoraty wdrożeniowe” Ministerstwa Nauki i Szkolnictwa Wyższego.

W przedstawionej do recenzji monografii Doktorant podjął się opracowania i wytworzenia certyfikowanych materiałów odniesienia proszków stopu niklu Inconel 718 oraz stali 316L do zastosowań w procesach produkcji wyrobów metodami przyrostowymi. Wytwarzanie wyrobów z wykorzystaniem technologii przyrostowych jest znane od lat i szeroko stosowane. Jednym z rodzajów materiałów wsadowych do wytwarzania przyrostowego są proszki metali i stopów metali. W tym aspekcie istotna jest jakość proszków metalicznych, wpływająca bezpośrednio na właściwości otrzymywanych wyrobów. Jakość tego rodzaju proszków wymaga odpowiedniej kontroli, a co za tym idzie certyfikowanych materiałów odniesienia. Ograniczona dostępność wzorców odnoszących się do proszków metalicznych, szczególnie tych wykorzystywanych w technologiach wytwarzania przyrostowego, przemawia za celowością podjętej w doktoracie tematyki. **Tematyka doktoratu** – mieszcząca się w dyscyplinie naukowej inżynieria materiałowa – jest istotna i ogólnie interesująca zarówno pod względem naukowym jak i użytecznym.

Praca ma ogólnie klasyczny układ, składa się z 14 rozdziałów i obejmuje wraz z załącznikami 162 strony. Praca składa się z listy zastosowanych w pracy skrótów i akronimów, części teoretycznej obejmującej analizę literaturową zagadnień związanych z technikami wytwarzania przyrostowego, charakterystykę właściwości proszków metali oraz materiałów odniesienia i ich dostępności w aspekcie ich stosowania w technologiach przyrostowych. Część doświadczalna pracy obejmuje charakterystykę celu i zakresu tych badań, opis tej pracy, charakterystykę

zastosowanej metodyki badawczej oraz zastosowanych materiałów badawczych, opis walidacji procedury analitycznej, opis badań jednorodności zastosowanych proszków metalicznych, opis organizacji badań międzylaboratoryjnych, ocenę oceny trwałości materiałów odniesienia, opracowanie pełnego budżetu niepewności wartości certyfikowanych, opracowanie certyfikatu materiału odniesienia, opis ogólnej procedury umożliwiającej przełożenie ogólnych wymagań normy ISO 33405:2024 na działania związane z certyfikacją materiałów odniesienia w postaci proszków metalicznych, podsumowanie oraz wnioski. Na końcu pracy zamieszczono spis literatury oraz dwa załączniki w postaci certyfikatów wzorca składu chemicznego analizowanych proszków metalicznych. Praca zawiera wraz z 2 załącznikami 61 rysunków, 72 tabele oraz listę 128 pozycji literaturowych. Niedosyt budzi brak w pracy streszczeń zarówno w języku polskim jak i angielskim.

Doktorant trafnie sformułował tezę pracy w czterech punktach:

1. Wdrożenie metodyki adaptacyjnej dla wymagań ISO 33405:2024 [98] w charakterystyce i certyfikacji proszkowych CRM z metali umożliwia przekładanie ogólnych zapisów normy na spójny zestaw procedur operacyjnych (SOP), przy zachowaniu pełnej identyfikowalności metrologicznej i powtarzalności procesu.
2. Zastosowanie schematu oceny jednorodności opartego na stratyfikowanym poborze próbek z trzech warstw opakowania oraz dziewięciu punktów pomiarowych, przy losowym doborze 10-13 jednostek partii, umożliwia metrologicznie uzasadnione wyznaczenie komponentów niepewności związanej z różnicami między jednostkami oraz niepewności wynikającej z różnic wewnątrz jednostki, zgodnie z wymaganiami ISO 33405:2024.
3. Zastosowanie odpornej procedury wyznaczania wartości przypisanych w charakterystyce międzylaboratoryjnej umożliwia uzyskanie stabilnych wartości certyfikowanych oraz realistycznych niepewności charakterystyki, bez arbitralnego odrzucania wyników, adekwatnych do certyfikacji proszków 316L i IN 7184.
4. Przeprowadzenie pełnej procedury certyfikacji proszków 316L i IN 718 według ISO 33405:2024 potwierdza uniwersalny charakter przyjętej strategii oraz jej użyteczność w certyfikacji proszków o odmiennym składzie i morfologii.

Biorąc pod uwagę podjętą tematykę pracy **cel badawczy** został poprawnie określony jako „opracowanie i certyfikacja dwóch materiałów odniesienia - stal nierdzewna 316L oraz stop niklu Inconel 718 - w formie metalicznego proszku, przeznaczonych do zastosowań w technologiach przyrostowych z wykorzystaniem metali”. Zrealizowane badania miały potwierdzić, że „pomimo znacznych różnic fizykochemicznych pomiędzy austenityczną stalą nierdzewną a stopem niklu, możliwe jest opracowanie stabilnych i metrologicznie miarodajnych materiałów odniesienia w formie proszkowej oraz że przyjęta strategia certyfikacji może być skutecznie stosowana wobec różnych rodzajów proszków metalicznych, co świadczyć powinno o jej uniwersalności i zdolności zapewnienia spójności pomiarowej w obszarze technologii wytwarzania przyrostowego.”

Sformułowana **teza oraz cel badawczy są prawidłowe i podkreślają wdrożeniowy charakter doktoratu.**

Doktorant omówił i podsumował wyniki poszczególnych etapów swoich badań w każdej z przedstawianych kolejno części pracy.

W rozdziale 1 - „Część teoretyczna” – na podstawie przeglądu piśmiennictwa Doktorant scharakteryzował technologie przyrostowe wskazując w odniesieniu do stosowanych w tych technologiach proszków metalicznych na niedostatek spójnych narzędzi metrologicznych ograniczających jednoznaczną kontrolę ich jakości, która powinna bazować między innymi na certyfikowanych materiałach odniesienia. W dalszej części tego rozdziału Doktorant opisał zastosowania stopów niklu i stali nierdzewnych w technologiach przyrostowych, stosowane metody oceny właściwości proszków metalicznych w kontekście procesów wytwarzania przyrostowego. Następnie scharakteryzował stosowane materiały odniesienia w postaci proszków metalicznych wskazując, że dostęp do certyfikowanych odpowiedników proszków metalicznych stosowanych w technologiach przyrostowych jest w dużym stopniu ograniczony, a te które są dostępne są często przestarzałe lub nieudokumentowane zgodnie z aktualnymi wymaganiami normatywnymi. **Przegląd piśmiennictwa został sporządzony ciekawie i na dobrym poziomie merytorycznym.** Zawiera on przegląd powyższych zagadnień w formie dyskusji dostępnych w literaturze technicznej w tym zakresie informacji.

W rozdziale 2 – „Część doświadczalna” – Doktorant prawidłowo przedstawił cel i zakres zrealizowanych w ramach doktoratu badań, tezę pracy doktorskiej oraz plan

badania. Założony plan badań, determinowany był procedurą certyfikacji materiałów odniesienia opartą na normie ISO 33405:2024.

W rozdziale 3 – „Selekcja i wstępna charakterystyka wyjściowych partii proszków metalicznych” – scharakteryzowane zostały zastosowane w badaniach proszki stali 316L oraz stopów niklu Inconel 718 oraz Inconel 625. Podane zostały wyniki analizy składu chemicznego badanych materiałów. Do dalszych badań wytypowane zostały proszki stali 316L oraz stopu Inconel 718.

W rozdziale 4 – „Podział materiału proszkowego na opakowania jednostkowe” – zawarty został opis podziału badanych materiałów na jednostkowe porcje o zdefiniowanej masie, formie opakowania oraz kodzie identyfikacyjnym w ramach przygotowania certyfikowanych materiałów odniesienia.

W ramach rozdziału 5 – „Walidacja i zapewnienie jakości metod analitycznych” – opisana została walidacja metod oznaczania składu chemicznego przyjętych do badań stali 316L oraz stopu Inconel 718. Ten etap badań potwierdził poprawność zastosowanych metod i ich przydatność do oznaczania składu chemicznego proszków analizowanych stopów w procesie certyfikacji materiałów odniesienia.

W rozdziale 6 – „Badanie jednorodności proszków metalicznych” – Doktorant opisał badania jednorodności składu chemicznego przygotowanych do dalszej certyfikacji partii materiałów. Badania te potwierdziły oczekiwany poziom jednorodności rozkładu składników stopowych w analizowanych partiach proszków zarówno stali 316L, jak i stopu niklu Inconel 718.

W rozdziale 7 – „Organizacja badań międzylaboratoryjnych i przypisanie wartości certyfikowanych” – zostało opisane porównanie międzylaboratoryjne, w ramach którego przeanalizowano dane uzyskane niezależnie przez różne zewnętrzne laboratoria pracujące na próbkach dwóch analizowanych materiałów proszkowych (Inconel 718 oraz stal 316L). Zebrane wyniki badań poddano ocenie statystycznej zgodnie z wymaganiami normy ISO 13528. Analiza wyników zebranych danych międzylaboratoryjnych umożliwiła przypisanie certyfikowanych poziomów zawartości poszczególnych pierwiastków chemicznych zarówno w proszku stali 316L, jak i stopu Inconel 718 w przypadku pierwiastków chemicznych, dla których liczba dostępnych wyników była większa niż 5. W przypadku pierwiastków, dla których liczba dostępnych wyników była mniejsza niż pięć (Al, Nb, O, H, Ti w wypadku stali 316L oraz Co, H, N, O, V, W), nie przeprowadzono przypisania wartości certyfikowanej.

W rozdziale 8 – „Ocena trwałości materiałów odniesienia” – ocenie poddano krótkoterminową oraz długoterminową trwałość dwóch wybranych materiałów odniesienia: jednego proszku stali 316L oraz jednego proszku stopu Inconel 718. Analizie poddano dwie partie proszku stali 316L oraz dwie partie proszku stopu Inconel 718. W wypadku analizy stabilności krótkoterminowej, która odzwierciedla warunki transportowe, analiza nie wykazała istotnych statystycznie różnic w składzie chemicznym pomiędzy próbkami badanymi przed i po ekspozycji. W wypadku analizy stabilności długoterminowej określano czy skład chemiczny materiałów odniesienia jest stabilny w czasie rzeczywistego, długotrwałego przechowywania, wynoszącego 52 miesiące. Wyniki badań nie wykazały zmian w zawartościach pierwiastków chemicznych w analizowanych materiałach. Dodatkowo przeprowadzono prognozowanie okresu ważności stabilności długoterminowej, na podstawie którego określono stabilność składu chemicznego proszku stali 316L na 70 miesięcy, a proszku stopu Inconel 718 na 75 miesięcy.

W rozdziale 9 – „Opracowanie pełnego budżetu niepewności wartości certyfikowanych” – Doktorant opracował budżet niepewności wartości certyfikowanych bazując na otrzymanych we wcześniejszych etapach realizacji doktoratu wynikach badań.

W rozdziale 10 – „Opracowanie certyfikatu materiału odniesienia” – Doktorant opracował dla przyjętych do badań proszków stali 316L oraz stopu Inconel 718 certyfikaty, zawierające informacje obejmujące identyfikację wzorca, nazwę wzorca, symbol, numer certyfikatu z datą wydania certyfikatu, opis formy fizycznej i przeznaczenie materiału będącego przedmiotem certyfikatu.

Rozdział 11 – „Standardowa Procedura Operacyjna (SOP) dla certyfikacji CRM proszkowych” – zawiera opis procedury certyfikacji materiałów odniesienia w postaci proszków metali w aspekcie wymagań normy ISO 33405:2024, z uwzględnieniem wymagań co do proszków metali stosowanych w technologiach przyrostowych.

W rozdziale 12 – „Podsumowanie” – Doktorant podsumował uzyskane w ramach realizacji doktoratu wyniki badań wraz z odniesieniem się do postawionych w doktoracie hipotez badawczych.

Rozdział 13 – „Wnioski” – zawiera poprawnie sformułowane główne wnioski określone na podstawie wyników zrealizowanych w ramach doktoratu badań, z których wynika, że opracowana metodyka, adaptująca normę ISO 33405:2024 pozwoliła wytworzyć

dwa materiały odniesienia w postaci proszków stopów stali 316L oraz proszek stopu Inconel 718 dla technologii przyrostowych.

Rozdział 14 – „Literatura” – stanowi wykaz 128 pozycji literaturowych, z których 114 opublikowanych zostało w ciągu ostatnich 10 lat. Pozycje te zostały poprawnie dobrane do zakresu tematyki zrealizowanego doktoratu. Doktorant zamieścił również w spisie literatury 1 własną publikację.

W swoich badaniach Doktorant zastosował **metody badawcze** zarówno o charakterze doświadczalnym, w tym metody emisyjnej spektrometrii atomowej, metody ekstrakcji wysokotemperaturowej, jak i teoretycznym - oparte głównie na metodach statystycznych, w tym odporne procedury estymacji, modele regresji liniowej czy jednoczynnikową analizę wariancji. Założony plan badań w głównej mierze podyktowany był procedurą certyfikacji materiałów odniesienia opartą na normie ISO 33405:2024. Obejmował między innymi wstępny wybór i charakterystykę partii wyjściowych, przygotowanie jednostek materiałowych, ocenę jednorodności analizowanych partii proszków, badania stabilności krótkoterminowej i długookresowej, wyznaczenie wartości przypisanych na podstawie wyników porównania międzylaboratoryjnego, oszacowanie budżetu niepewności z określeniem okresu ważności certyfikowanego materiału. Do tak założonego planu badań **metody badawcze zostały poprawnie dobrane**.

Praca ogólnie jest zredagowana poprawnie i napisana poprawnie językowo i terminologicznie. Zauważone, bardzo nieliczne, uwagi natury edycyjnej są następujące:

1. Rozdziały: 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14 są odpowiednio na stronach: 104, 127, 131, 132, 134, 136 oraz 138 w pracy, a nie na stronach: 105, 128, 132, 133, 135, 137 oraz 139 jak podano w spisie treści.
2. Załącznik 1 jest na stronie 153 pracy, a nie 154 jak podano w spisie treści.
3. Tytuł rozdziału 8.2.2 powinien zawierać słowo „długoterminowej” zamiast „długoterminowe”.

Lektura pracy i analiza przedstawionych w niej wyników badań nasuwa następujące główne pytania o charakterze dyskusyjnym:

1. Czy w cyklu badań analizowane były również wielkość i rozkład wielkości cząstek badanych proszków metalicznych? W rozdziale 3 odnośnie przyjętych do badań partii proszków otrzymanych od dwóch niezależnych dostawców podano, że w wypadku dostawcy A „próbki te nie były objęte żadnym atestem producenta, nie zawierały danych dotyczących wielkości i rozkładu cząstek, morfologii powierzchni ani składu chemicznego.”. Parametry te są istotne również w odniesieniu do technologii przyrostowych.
2. W rozdziale 7.1. pracy – „Opracowanie wyników porównania międzylaboratoryjnego i przypisanie wartości certyfikowanych oraz oszacowanie niepewność charakteryzacji  $u_{char}$ ” - odnośnie danych raportowych przesłanych przez niezależne laboratoria podano, że „w przypadku pierwiastków, dla których liczba dostępnych wyników była mniejsza niż pięć, nie przeprowadzono przypisania wartości certyfikowanej.”. Ponadto, w podsumowaniu zamieszczonym w tym rozdziale podano, że wynikało to „z fizycznej postaci materiału, proszku metalicznego.”

Powstaje pytanie o powody, dla których w otrzymanych raportach nie podano wyników dla niektórych pierwiastków. Co za tym idzie, czy nie było zasadnym w takiej sytuacji zlecenie dodatkowych badań laboratoriom zewnętrznym w celu uzyskania wyników dla wszystkich analizowanych pierwiastków? Dodatkowo, w jakim aspekcie ograniczona liczba wyników badań międzylaboratoryjnych dla niektórych pierwiastków mogła wynikać z fizycznej postaci proszku metalicznego?

3. W rozdziale 8 pracy przedstawione zostały wyniki badań stabilności długoterminowej analizowanych materiałów. Jak podano w tym rozdziale: „Tlen nie został formalnie certyfikowany ze względu na niewystarczającą liczbę wyników badań międzylaboratoryjnych, jednak jego zawartość była monitorowana w długim okresie zarówno dla proszku stali 316L, jak i proszku stopu Inconel 718. Proszki metaliczne, z uwagi na dużą powierzchnię właściwą, są podatne na utlenianie oraz adsorpcję wilgoci, dlatego zawartość tlenu uznaje

*się za czuły wskaźnik możliwej degradacji powierzchni. Z tego powodu, mimo braku formalnej certyfikacji, parametr ten uwzględniono w ocenie stabilności, aby uzyskać dodatkowe potwierdzenie zachowania integralności materiału."*

Z czego wynikała niewystarczająca liczba wyników badań międzylaboratoryjnych w tym zakresie? Analiza stabilności długoterminowej byłaby z pewnością bardziej miarodajna, gdyby była przeprowadzona na wystarczającej liczbie wyników badań w odniesieniu do zawartości tlenu.

4. W pracy zawarte jest stwierdzenie, że przyjęta strategia certyfikacji może być skutecznie stosowana wobec różnych rodzajów proszków metalicznych. Czy Doktorant widzi jakiegokolwiek ograniczenia zaproponowanej metody certyfikacji w odniesieniu do innych niż analizowane w ramach doktoratu rodzajów proszków metalicznych?

Na podstawie analizy całości pracy można stwierdzić, że sformułowana teza pracy została udowodniona. Rozprawa stanowi oryginalne rozwiązanie problemu naukowego, niemniej jednak powinien on być bardziej w pracy uwypuklony. Pozytywnie należy ocenić praktyczny, wdrożeniowy charakter zrealizowanych badań. Uzyskane w ramach realizacji doktoratu wyniki badań zaowocowały opracowaniem opartej na normie ISO 33405:2024 metodyki pozwalającej na wytworzenie materiałów odniesienia w postaci proszków stali 316L oraz stopu niklu Inconel 718, co stwarza możliwości praktycznego zastosowania tych wyników w praktyce przemysłowej, również w odniesieniu do technologii przyrostowych.

### **3. Wniosek końcowy**

Podsumowując stwierdzam, że przedstawione przez Doktoranta badania **zostały zrealizowane przy zastosowaniu poprawnie dobranych technik badawczych**. Rozprawa, obejmująca przedstawienie uzyskanych wyników badań oraz ich dyskusję, została również napisana poprawnie. Zrealizowane w ramach realizacji doktoratu badania, składające się na **oryginalne rozwiązanie postawionego problemu badawczego i naukowego**, świadczą o dużej samodzielności Doktoranta

w prowadzeniu pracy naukowej. Doktorant posiada wystarczającą wiedzę w zakresie dyscypliny inżynieria materiałowa.

Zrealizowane w ramach doktoratu badania oraz przedstawione w pracy opracowanie i wytworzenie certyfikowanych materiałów odniesienia proszków niklu i stali do zastosowań w procesach produkcji wyrobów metodami przyrostowymi mogą przyczynić się do dalszego rozwoju metod wytwarzania certyfikowanych materiałów odniesienia w formie proszków metalicznych. Na podkreślenie zasługuje również wysoki potencjał aplikacyjny przedstawionych w pracy wyników badań.

Zamieszczone w recenzji uwagi nie umniejszają wartości pracy oraz ogólnie pozytywnej opinii o całości pracy.

Po zapoznaniu się z rozprawą doktorską mgr inż. Piotra Knapika pt.: „Opracowanie i wytworzenie certyfikowanych materiałów odniesienia proszków stali i stopów niklu na potrzeby kontroli jakości procesu produkcji z zastosowaniem technologii przyrostowych” stwierdzam, że recenzowana rozprawa spełnia wymagania określone w art. 187 ustawy z dnia 20 lipca 2018 r. Prawo o szkolnictwie wyższym i nauce (z późn.zm.) oraz wnioskuję o jej dopuszczenie do dalszych etapów postępowania o nadanie stopnia doktora w dziedzinie nauk inżynieryjno-technicznych w dyscyplinie inżynieria materiałowa.

Prof. Tomasz Śleboda

/podpis odręczny/